

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-291267

(43)Date of publication of application : 05.11.1996

(51)Int.Cl. C09D 11/00
C09D 11/00
B41J 2/01

(21)Application number : 07-173022

(71)Applicant : RICOH CO LTD

(22)Date of filing : 16.06.1995

(72)Inventor : TSUBUSHI KAZUO
KINOSHITA NOBUTAKA
ASAMI TAKESHI
GOTO AKIHIKO
UMEMURA KAZUHIKO
MIZUNO KAZUYO
OGAWARA MAKOTO

(30)Priority

Priority number : 06159205	Priority date : 17.06.1994	Priority country : JP
07 58264	23.02.1995	JP
06227274	29.08.1994	JP
06289055	28.10.1994	JP
06333881	16.12.1994	JP

(54) INK COMPOSITION AND NEW METHOD FOR RECORDING

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain an ink composition containing charged particles comprising a dispersant and a coloring agent as a main component, controlled in the electric resistance of the obtained composition or in the specific charge amount of the charged particles to specific values, respectively, and excellent in image concentration, contrast, resolution and fixation to substrates, and useful for electronic photography, etc.

CONSTITUTION: This ink composition contains charged particles containing a dispersant such as a silicone oil, a fatty acid ester, a fluoro oil or an aliphatic hydrocarbon alcohol and a coloring agent (especially having a resin or oil layer on its surface) (e.g. a polymer toner

comprising a system containing the coloring agent, a polymerizable monomer and a non-aqueous solvent as main components and having an average particle diameter of 0.01-10 μ m and a melt viscosity of 0.1-10000pa.sec) as a main component, and satisfies that the specific charged amount of the charged particles (Q/M) is 10-1000 μ c/g or that the electric resistance of the obtained composition is 1010 Ω .cm or larger.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 16.03.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3531766

[Date of registration] 12.03.2004

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 8 - 2 9 1 2 6 7

(43) 公開日 平成8年(1996)11月5日

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 D 11/00	P S Z		C 0 9 D 11/00	P S Z
	P T E			P T E
B 4 1 J 2/01			B 4 1 J 3/04	1 0 1 Y

審査請求 未請求 請求項の数 1 1 F D (全 1 3 頁)

(21) 出願番号	特願平7-173022	(71) 出願人	000006747 株式会社リコー 東京都大田区中馬込1丁目3番6号
(22) 出願日	平成7年(1995)6月16日	(72) 発明者	津布子 一男 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式会 社リコー内
(31) 優先権主張番号	特願平6-159205	(72) 発明者	木下 宣孝 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式会 社リコー内
(32) 優先日	平6(1994)6月17日	(72) 発明者	浅見 剛 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式会 社リコー内
(33) 優先権主張国	日本 (J P)	(74) 代理人	弁理士 武井 秀彦
(31) 優先権主張番号	特願平7-58264		
(32) 優先日	平7(1995)2月23日		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		
(31) 優先権主張番号	特願平6-227274		
(32) 優先日	平6(1994)8月29日		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インク組成物および新規記録方法

(57) 【要約】

【目的】 低印加電圧で飛翔して紙、プラスチック、金属などの基体への定着性にすぐれ、しかも高画像濃度、高解像度で印字できるインク組成物を提供すること、及びこのインクを用いた新規な記録方法を提供すること。

【構成】 分散媒、着色剤及び樹脂を少なくとも含む荷電粒子を主成分とし、かつ、その荷電粒子の比電荷量が $10 \sim 1000 \mu c / g$ インクの比抵抗が $10^{10} \Omega cm$ 以上、インクの乾燥状態での熔融粘度が $0.1 \sim 1000 pa \cdot s$ であることを特徴とするインク組成物、及びこれを用い、インクの吐出部が針状、ノズル状又はライン状ヘッドであり、前記インク組成物のインクの荷電粒子と同極性又は反対極性の印加電圧によりインクを吐出させることを特徴とする新規な記録方法。

THIS PAGE BLANK (USPTO)

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 分散媒および着色剤を少なくとも含む荷電粒子を主成分とし、下記条件 A と B の少なくとも一つを満足することを特徴とするインク組成物。

A：荷電粒子の比電荷量 (Q/M) が $10 \sim 1,000 \mu c/g$ である。

B：インク組成物の電気抵抗が $10^{10} \Omega \cdot cm$ 以上である。

【請求項 2】 前記荷電粒子の平均粒子径が $0.01 \sim 10 \mu m$ で、熔融粘度が $0.1 \sim 10,000 pa \cdot sec$ である請求項 1 記載のインク組成物。

【請求項 3】 前記分散媒がシリコンオイル、脂肪酸エステル、フッ素オイル、または脂肪族炭化水素アルコールの何れかである請求項 1 記載のインク組成物。

【請求項 4】 表面に樹脂またはオイルの層を有する着色剤よりなる請求項 1 記載のインク組成物。

【請求項 5】 珪素含有重合体、ポリオレフィン、又はオレフィンとの共重合体、ロジン又はその変性樹脂等を含む、請求項 1 記載のインク組成物。

【請求項 6】 前記荷電粒子は球状、ファイバー状又は不定形の混合した形状である請求項 1 記載のインク組成物。

【請求項 7】 前記荷電粒子が着色剤、重合性モノマー及び非水溶媒を主成分とする系から得られた重合トナーであることを特徴とする、請求項 1 記載のインク組成物。

【請求項 8】 着色剤と $40^\circ C$ 以上の非水溶媒に溶解するか又は軟化する高分子物質とを少なくとも含む系に、モノマー及び重合開始剤を混合し重号してなることを特徴とする請求項 1 記載のインクジェット用及び電子写真用インク組成物。

【請求項 9】 原料として顔料及び／又は染料と活性水素を有する反応性シリコン化合物とイソシアネート化合物とを少なくとも含み、これらの原料が非水溶媒中に分散されている分散液を加熱して反応させて得られる着色剤を使用することを特徴とする請求項 1 記載のインク組成物を製造する方法。

【請求項 10】 インクの吐出部がペンプロッターノズル方式になっており、請求項 1～8 のいずれかの荷電されたインクを帯電された基体に飛翔させることを特徴とする記録方法。

【請求項 11】 インクの吐出部が針状、ノズル状又はラインヘッド状であり、請求項 1～8 のいずれかのインクの荷電粒子と同極性又は反対極性の印加電圧により該インクを吐出させることを特徴とする記録方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、電子写真、静電印刷、静電記録あるいは印刷インキ、インクジェット用インキ、塗料等に使用される、インキ組成物及びその製造方

法並びにその使用プロセスに関するものであり、また、荷電されたインクを帯電された基体に飛翔させることを特徴とする記録方法、並びにそのインク組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 インクジェット記録方式は一般にノズル、スリット或いは多孔質フィルム等から液体あるいは固体インクを吐出し、これを紙、布、フィルム等に付着させて記録を行うものである。インクジェット記録方式のプリンターは、使用時の音が小さく、また小型で安価である等の利点から随所で用いられている。また、プリンターの更なる検討が精力的に行われ、特に黒色の単色プリンターとして、レポート用紙、コピー用紙等のいわゆる普通紙上に良好な印字品質が得られるプリンターも市販されるに至っている。

【0003】 湿式トナージェット記録方式の例としては、①ラインヘッドの先端にトナー粒子の極性と同極性の電圧を印加してトナー粒子の凝集体をつくり、この凝集体を吐出させる印字方式 (PCT/AU92-00665) や②現像ローラと電子写真感光体その間の現像ギャップを隔てて近接配備され現像ローラ表面の湿式トナーを感光体の潜像電位に飛翔させる手段を有する印字方式 (特開平 6-137791 号公報、特願平 5-301900 号明細書) などが提案されている。米国特許第 3,060,429 号明細書には、静電的に現像液を吸引する静電的なインクジェット印字方式が記載されている。この方式は、好適にはインク滴のジェット流を遮断又は制御するための開閉電極及びインク滴飛翔経路を調節するための電極対を 2 対有し、荷電現像滴を発生させる段階、該ノズルと板状電極との間に高電圧を印加しながら、現像液を含んだノズルから該現像液滴を板状電極に向けて加速させる段階、及びインク滴が板状電極に到達する直前に該板状電極の手前に設けられた紙上にインク滴を供給する段階、を含んでいる。

【0004】 また、インクジェットプリンタに使用されるインクに関しては、(1) 紙上で滲み、かぶりのない高解像度、高濃度で均一な画像が得られること、(2) ノズル先端でインク乾燥による目詰まりが発生せず、常に吐出応答性、吐出安定性が良好であること、(3) 紙上においてインクの乾燥性がよいこと、(4) 画像の堅ろう性がよいこと、(5) 長期保存安定性がよいこと、などが要求される。

【0005】 これらの要求を満足すべく、従来よりインクジェット記録用インクについての多くの検討がなされ、種々の添加剤の検討、あるいは数々の水溶性有機溶剤の検討が行われており、そして例えば、界面活性剤を使用する (特公昭 62-11781 号公報) こと、及び、酸化エチレンと酸化プロピレンとのブロック共重合体を使用する (特開平 1-25789 号公報) ことが従来から提案されている。加えて、インクジェット記録方

THIS PAGE BLANK (USPTO)

式で用いる湿式トナーにおいては、分散媒には主としてイソパラフィン、着色剤にはカーボンブラック、有機顔料等が用いられている。

【0006】また、電子写真現像剤は従来より、一般に着色剤と樹脂、極性制御剤などを混練し、粉碎し $5\sim 10\mu\text{m}$ の粉体粒子とした乾式電子写真現像剤がつくられていた。また、非水溶媒を用いた電子写真液体現像剤には、一般的に、非水系樹脂分散液と着色剤とを分散混合し、粒子径 $0.5\sim 2\mu\text{m}$ にしたものが用いられている。そしてこれらの比較では、後者の液体現像剤の使用の方がより鮮明な画像が得られる。

【0007】ところで、液体現像剤の調整には非水系樹脂分散液が使用されるが、この非水系樹脂分散液（以下、NADという）は、顔料等の着色剤を溶媒の中で安定に分散させるために用いられ、一般的には両親媒性樹脂が使われる。この両親媒性樹脂はビニル重合体から導かれており、特にグラフト重合体が主に使用されている。しかしながら、グラフト重合体の製造時に、比較的多量に副生する非水系溶媒に可溶性のグラフト化されていない重合体や不溶性の重合体が着色剤に対する分散性を悪くするため、長期間の保存中に沈降が起るといった問題があった。

【0008】静電潜像現像用液体現像剤、塗料等に用いられている非水系樹脂分散液及びその製造方法については、これまでに種々の提案がなされている。例えば、特公昭62-3859号公報に記載された電子写真用液体現像剤にはトナー粒子を形成する樹脂として天然樹脂変性熱硬化性樹脂を長鎖アルキル基含有モノマー中で反応させた樹脂が提案されている。

【0009】しかしながら、これらの非水系樹脂分散液は、着色剤の分散安定性の改善には効果があるが、未だ、十分な分散安定性を有するNADとはいえない。特公昭56-10619号公報には液体トナーの重合体の記述がある。このものは、非水溶媒中で $0.4\sim 0.8\mu\text{m}$ の白色ラテックスを合成し、次いでビクトリアブルーの如き染料で白色ラテックスを染着した液体トナーである。この場合、黒色トナーをつくるのが困難なことから染料系なので画像濃度が低いことや、光退色などの欠点がある。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】要するに、従来提案されているインクジェット記録用インクにおいて、前記5点の要求の全てを満足するものはいまだ得られていない。一方、フルカラー画像の得られるインクジェット記録方式のプリンターも幾つか市販されているが、これらは、普通紙上にプリントすると、乾燥性が悪く、プリンターの高速出力が妨げられるだけでなく、異なった色調のインクが乱れて混じり合い、忠実な画像再現が得られない。したがって、通常は、表面処理を施した特殊専用紙を使用することが必要であり、そのため、1枚当りの

プリントのコストが高くなり、汎用のプリンターとしての普及は困難になる。また、インクに有機溶剤を使用した湿式トナージェット方式では湿式トナーを吐出ヘッドまたは現像ローラ表面から吐出又は飛翔させるには高い電圧が必要であった。更に、印字したものの紙への定着性が悪く、画像濃度も低いものであった。また高解像度が得にくかった。

【0011】本発明の目的は、従来技術における前記欠点を改善し、低印加電圧で飛翔して紙、プラスチック、金属などの基体への定着性にすぐれ、しかも高画像濃度、高コントラスト、高解像度で印字できるインクジェット記録用インク組成物を提供することにある。本発明の他の目的は、前記のインク組成物を用いた新規なインクジェット記録方法を提供することにある。

【0012】さらに、本発明の目的は、コピーの定着性に優れ、低温定着、温風等の間接定着も可能な電子写真現像剤及びこの現像剤を用いた複写法を提供することにある。本発明のさらに他の目的は、OHPでの色再現性の高いコピーが得られるカラーコピー用電子写真現像剤及びこの現像剤を用いた複写法を提供することにある。本発明のさらに他の目的は、退色、画像濃度が低いといった不都合のみられない電子写真現像剤を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】本発明者は、インクジェット記録用インク及びそのインクに適したインクジェット記録方法について、いろいろな角度から検討を進めてきた結果、分散液、着色剤を少なくとも含む荷電粒子を主成分とするインクの比抵抗や電荷量は、インクジェット記録方式又は湿式トナージェット記録方式における飛翔特性と関係があり、すなわち比電荷量やインクの比抵抗が大きいほどドット径の小さい印字が得られることを確かめた。また、紙への定着性に優れることも確かめた。

【0014】本発明のインク（荷電粒子）の比電荷量は $10\sim 1000\mu\text{c/g}$ 、好ましくは $100\sim 800\mu\text{c/g}$ である。インクの比電荷量が $10\mu\text{c/g}$ 以下ではインクの飛翔ドット径が大きくなり印字ドット径が大きく、解像度をあげることが困難になる。更に、定着性が低下する。また $1000\mu\text{c/g}$ 以上の比電荷量のインクでは画像濃度が低下する。インクの吐出性は比電荷量の高いインクのほうが吐出印加電圧は低く、比電荷量が低いインクは吐出印加電圧が高くなる傾向を示す。

【0015】従来の電子写真用液体現像剤の比電荷量は $10\mu\text{c/g}$ 以下、比抵抗は $10^{10}\Omega\text{cm}$ 以下のものがほとんどである。電子写真方式の場合には、静電潜像の電位をトナーの電荷で中和させるための比電荷量が $10\sim 1000\mu\text{c/g}$ のものでは良好な画像品質を得ることが難しい。例えば、PCT/AU-42-00665号(WO93/1186号)明細書の実施例に記載され

THIS PAGE BLANK (USPTO)

ているインクジェット記録用インキは実施例 1、2、3とも $0.1 \sim 0.5 \mu\text{C/g}$ 程度の比電荷量 (Q/M) であり、このインクの吐出電圧は $500 \sim 5000$ ボルトと高いものであった。

【0016】また、有機顔料又はカーボンブラックのような顔料をイソパラフィン系溶媒に単に分散したものであり、インク中の顔料が沈降し易く均一なインクの飛翔や飛翔したインクの定着性が劣るものである。またインクの飛翔性ドット径が大きく、解像度やシャープ性が低下するものであった。

【0017】また、電子写真方法の場合は、静電潜像にトナー粒子を泳動させ現像させるための比抵抗が $10^{10} \Omega\text{cm}$ 以上のものでは良好な画像品質を得ることが難しい。特にシャープネスや解像力が低下する。

【0018】なお、従来のインクジェット記録用インキは分散媒に染料等が溶解しているため着色剤粒子の比電荷量 (Q/M) は得られない。分散タイプのもので Q/M は低いものが一般的であり、比抵抗は 10^8 以下であった。

【0019】湿式カラー画像形成すなわち異なる色の着色料同士の色混合による多色画像形成の場合、従来は、下層のある色の着色料が上層の他の色の着色料により隠蔽されてしまい上層の色が優勢となって忠実なカラー再現ができないという弊害を避けるため、また分散媒と分散質との比重差により生じる緒弊害をなくするため、着色料は望ましくは顔料粒子状のものを避けて染料のように溶解したものを使用し、かつ、媒体中に低濃度で染料を含むインクを厚く多量に使用することによって、異なる着色料相互間の色混合をなるべく偏りなく達成しようとするのが一般的に志向される方向であったから、本発明は、結果的に従来技術が志向する方向とはむしろ異なる方向のものといえることができる。

【0020】本発明によるそのようなインク組成物を調整するには、各インク原料について極めて入念にチェックし、望ましくない原料については必要な措置を講じなければならない。すなわち、分散媒液及び着色料を厳選し、さらに必要な場合には着色料を精製して比抵抗の上昇要因となるような不純物を除去するのみならず、分散質として用いる樹脂成分をさらに入念にチェックすること、及び、必要な場合にはその中の比抵抗上昇要因となる不純物除去のため入念な精製を繰り返すことが必要であり、この点は、本発明を満足裡に実施するための主要な眼目点の一つであり、また、従来のインクジェット用組成物に比較して本発明のインク組成物が特異である理由の一つとも云うことができる点である。

【0021】インク組成物における比抵抗低下つまり伝導度の上昇はむしろ電気伝導キャリアの種類、密度及び易動度に依存する。したがって、液状のこの種のインクに電荷キャリアとしてのイオンを極力含有させないことが必要であり、そのため、液体分散媒や着色料を厳選

し、または必要ならばイオン除去のための精製を行うことが必要である点は論を持たないが、もう一つのキャリアとしてのエレクトロン又はホールについて、高電圧印加の下でのバント伝導構造の変化及び樹脂成分の液体分散媒中での分子鎖セグメント回転性増大に伴う易動度増大によるキャリア密度及び移動度上昇を考慮すると、より厳密な成分選択が必要であることに留意しなければならない。樹脂材料についての繰り返し入念な精製は、こうした点を踏まえた結果である。而してこの入念な精製はイオン除去のみならず、望ましくない低分子夾雑物をも除去する。

【0022】さらに、インクとして乾燥状態で 120°C の熔融粘度が $0.1 \sim 10,000 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ (パスカル・秒) のものを使用すると、インクの吐出が均一になり印字ドット径の大きさが一定になることを確認した。本発明はこうした知見に基づいてなされたものである。以下に本発明を更に詳細に説明する。

【0023】本発明のインク (荷電粒子) はその熔融粘度が $0.1 \sim 10,000 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ (パスカル・秒)、好ましくは $10 \sim 5,000 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ (パスカル・秒) のものである。またインクの比抵抗は $10^{10} \Omega\text{cm}$ 以上、好ましくは $10^{11} \Omega\text{cm}$ 以上であることが望ましい。

【0024】インクの熔融粘度が 120°C で $10 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ (パスカル・秒) 以下ではインクの飛翔ドット径が大きくなり印字ドット径が大きく、解像度をあげることが困難になる。更に、定着性が低下する。また $10,000 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ (パスカル・秒) 以上のインクではインクのドット径にバラツキを生じる。インクの吐出性は比抵抗の高いインクを用いると吐出インクの固形分が高く、比抵抗が低いインクを用いると吐出インクの固形分が低くなるが、インクの比抵抗が $10^{10} \Omega\text{cm}$ を越えると記録画像の濃度、解像力、コントラストを適切に改善して高濃度、高解像力を達成する程度の固形分率になる。

【0025】本発明においては荷電粒子の粒子径は $0.01 \sim 10 \mu\text{m}$ で好ましくは $0.03 \sim 5.0 \mu\text{m}$ である。粒子径が $10 \mu\text{m}$ 以上では定着性が不良になり、また沈降等の問題も発生する。 $0.01 \mu\text{m}$ 以下では粒子の吐出性能が不足し、印加電圧をやや高めなければならない等の問題があり、更に、インクのにじみ現象が発生する。

【0026】本発明における分散媒には水、アルコール類、脂肪族炭化水素、脂肪酸エステル、フッ素系溶剤、シリコンオイル等が用いられる。水としては蒸留水、イオン交換水、水道水などがあげられ、アルコール類としてはエチルアルコール、イソプロピルアルコール、ブタノール、プロパノール、ヘキシルアルコール、ノニルアルコールなどがあげられ、脂肪族炭化水素としてはヘキサン、ヘプタン、オクタン、イソドデカン、市販品としてアイソパーG、アイソパーH、アイソパーL、アイソ

10

20

30

40

50

THIS PAGE BLANK (USPTO)

パーM、アイソパーV（以上エクソン社製）、シェルゾルー71（シェル石油化学社製）などがあげられ、脂肪酸エステルとしてはイソプロピルミリステート、イソブチルミリステート、ヘキシルミリステート、イソプロピルオレエート、イソブチルオクテート等の高級脂肪酸エステルなどが挙げられ、フッ素系溶剤としては住友スリーエム社のフロリナートFC-40、フロリナートFC-43、フロリナート-70、フロリナート-77などが挙げられ、シリコンオイルとしてはジアルキルシリコンオイル、環状ポリジアルキルシリコンオイル、メチルフェニルシリコンオイル、メチルヒドロジェンシリコンオイル、変性シリコンオイルとして反応性シリコンオイル、非反応性シリコンオイルなどが挙げられる。

【0027】ジアルキルシリコンオイルとしては信越化学社製のジメチルポリシロキサン、ジラウリルポリシロキサンなどが挙げられ、具体的には商品名KF96L-1、KF96L-5、KF995、KF994、KF96L-20など、及びKF56、KF58のようなメチルフェニルシリコンオイル等がある。これらの分散媒は粘度が100cp以下、好ましくは10cp以下である。

【0028】本発明に使用できる着色剤としては、プリンテックスV、プリンテックスU、プリンテックスG、スペシャルブラック15、スペシャルブラック4、スペシャルブラック4-B（以上テグサ社製）、三菱#44、三菱#30、三菱MR-11、三菱MA-100（以上三菱化成社製）、ラーベン1035、ラーベン1252、ニュースペクト11（以上コロンビアカーボン社製）、リーガル400、リーガル660、ブラックパール900、ブラックパール1100、ブラックパール1300、モーガルL（以上キャボット社製）などの無*

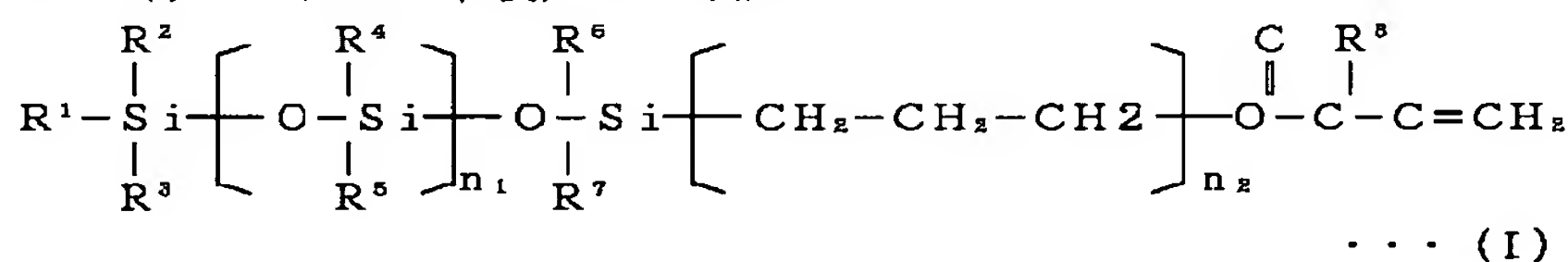
*機顔料およびフタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン、スカイブルー、ローダミンレーキ、マラカイトグリーンレーキ、メチルバイオレットレーキ、ピーコックブルーレーキ、ナフトールグリーンB、ナフトールグリーンY、ナフトールイエローS、ナフトールレッド、リソールファーストイエロー2G、パーマネントレッド4R、ブリリアントファーストスカーレット、ハンザイエロー、ベンジジンイエロー、リソールレッド、レーキレッドC、レーキレッドD、ブリリアントカーミン6B、パーマネントレッドF5R、ピグメントスカーレット3Bインジゴ、チオインジゴオイルピンクおよびボルドー10Bなどの有機顔料が挙げられる。先に記述したように、インクの比抵抗を上げるため着色剤を精製する。

【0029】以上の着色剤をオイル、樹脂、ワニス等と二本ロール、フラッシャーなどで混練、粉碎し、顔料を処理することができる。樹脂等で表面処理されたこのフラッシュ着色剤は、Q/M及びインクの比抵抗を上げインクの吐出性、インクの吐出固形分含有率を上げる。樹脂処理に供される樹脂としてはロジン変性樹脂、珪素含有樹脂、アクリル樹脂、ポリオレフィン又はその共重合体などが適している。

【0030】インクの方法として分散性、極性制御、定着性、比電荷量（Q/M）の制御などの向上のために更に添加剤として下記の材料を用いるのが望ましい。ここでの添加剤としては珪素含有共重合体が効果的である。このものには比水溶液中で重合開始剤の存在下に、下記一般式（I）

【0031】

【化1】



（式中、 $\text{R}^1, \text{R}^2, \text{R}^3, \text{R}^4, \text{R}^5, \text{R}^6, \text{R}^7$ は $-\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ （ $n=1\sim10$ の整数）

$-\text{OH}$ 、 $-\text{COOH}$ 、 $-\text{NH}_2$ 、 $-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ 、 $-\text{N}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$ 、 $-(\text{CH}_2)_2\text{OH}$

$-(\text{CH}_2)_3\text{OH}$ 、 $-(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$ 、 $-(\text{CH}_2)_3\text{N}(\text{CH}_3)_2$ 、

$-(\text{CH}_2)_3\text{N}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$ 、 $-(\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$ 、 $-(\text{CH}_2)_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$ 、

$-(\text{CH}_2)\text{N}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$ 、 $-(\text{CH}_2)_2\text{COOH}$ 、 $-(\text{CH}_2)_3\text{COOH}$ 、

$-\text{C}_2\text{H}_5$ 、ハロゲン原子、 $-\text{O}-\text{C}(=\text{O})-\text{CH}=\text{CH}_2$ 、 $-\text{O}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}(\text{CH}_3)=\text{CH}_2$

より選ばれ、全部が異なっている一部又は全部が同一であってもよく、

R^8 は $-\text{H}$ 又は $-\text{CH}_3$ であり、 n_1 は1～500の整数、 n_2 は1～10の整数を表わす）

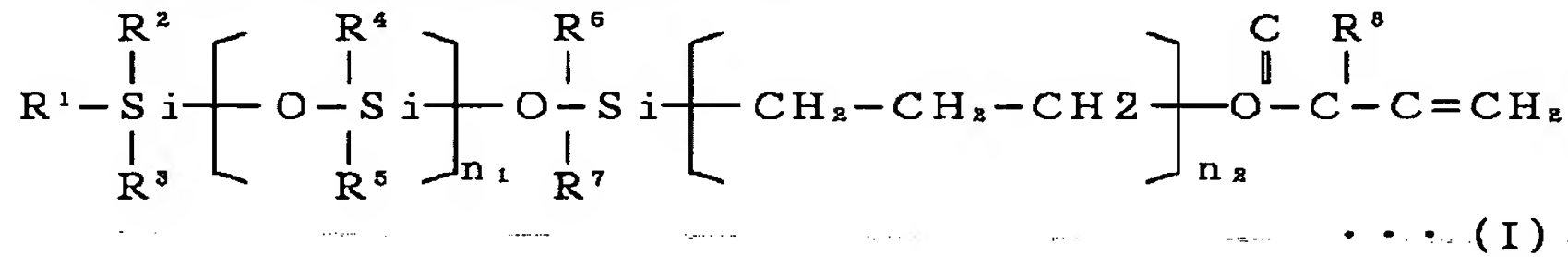
で表わされる重合性珪素化合物と共重合可能なモノマーとを重合させて得られた非水系珪素含有共重合体があ

られる。

【0032】前記の一般式（I）で表わされる化合物と

THIS PAGE BLANK (USPTO)

共重合可能なモノマーとしては、非水溶媒に重合後溶媒和するモノマーとしてラウリルメタクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、ステアリルメタアクリレート、ラウリルアクリレートなどがあげられ、またメタクリル酸、フマル酸、イタコン酸、無水マレイン酸、グリシジルメタクリレート、ヒドロキシエチルメタクリレート、ジメチルアミノエチルメタクリレート等の極性基を持ったモノマーを共重合させたものも好適である。*



*【0033】さらに、架橋性モノマーやスチレン、メチルメタクリレート、n-ブチルメタクリレートなどを共重合した架橋ポリマーとして使うこともできる。

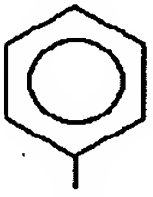
【0034】ここで一般式(I)で表わされた化合物の具体例を挙げれば表1のとおりである。

【0035】

【化1】

【0036】

※ ※【表1】

	n_2	n_1	R^8	R^7	R^6	R^5	R^4	R^3	R^2	R^1	
化合物1	1	1	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	
化合物2	1	10	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	
化合物3	1	44	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	
化合物4	1	131	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	
化合物5	1	1	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃		-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	
化合物6	1	1	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₃	$\begin{matrix} O \\ \\ -O-C-CH_2 \end{matrix}$	
化合物7	1	400	-CH ₃	-C ₅ H ₁₁	-C ₅ H ₁₁	-C ₅ H ₁₁	-C ₅ H ₁₁	-C ₅ H ₁₁	-C ₅ H ₁₁	-C ₅ H ₁₁	
化合物8	3	1	-CH ₃	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	-COOH	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	
化合物9	1	300	-H	-C ₁₀ H ₂₁	-C ₁₀ H ₂₁	-NH ₂	-C ₁₀ H ₂₁	-C ₁₀ H ₂₁	-C ₁₀ H ₂₁	$\begin{matrix} O \\ \\ -O-C-CH_2 \end{matrix}$	
化合物10	1	1	-CH ₃	-C ₁₀ H ₂₁	-C ₁₀ H ₂₁	-C ₁₀ H ₂₁	-C ₁₀ H ₂₁	-C ₁₀ H ₂₁	-C ₁₀ H ₂₁	-C ₁₀ H ₂₁	

【0037】本発明における荷電粒子の形状は、製造条件その他によって異なったものとなるが、好ましくはフ

アイバー状又は球状のものがよい。その理由はインク粒子の表面にファイバーを有することにより粒子間の凝集

THIS PAGE BLANK

力が高まり、吐出性や定着性が向上するものと考えられる。また球状のものの場合は吐出電圧を下げるができる。

(特に定着性に配慮した例)

重合溶媒 (アイソパーH)
 ビニルトルエン
 ラウリルメタクリレート
 ジメチルアミノエチルメタクリレート
 アゾビスイソブチロニトリル

200 g
 50 g
 50 g
 0.5 g
 5 g

からなる組成物を三ツ口フラスコにとり80℃で6時間重合した。重合率は93%、粘度30.4 c p sの重合物を得た。重合物をメタノールとアイソパーH、トルエン※

* 【0038】本発明で用いられる樹脂の製造例を挙げれば下記のとおりである。

* 【0039】添加剤樹脂の製造例-1

10※ンで繰り返し精製した。この種の製造例による樹脂を用いたインク組成物は定着性に優れている。

【0040】樹脂の製造例-2

(特にインクの絶縁性・吐出性に配慮した例)

重合溶媒 (シリコンオイルKF96L-1.5)
 フミン酸塩
 FM-0711 (反応性シリコン)
 スチレン
 無水マレイン酸
 ベンゾイルパーオキサイド

200 g
 10 g
 30 g
 10 g
 3 g
 3 g

からなる組成物を三ツ口フラスコにとり90℃で8時間重合した。重合率は92%、粘度15 c p sの重合物を得た。重合物をメタノール、トルエンとシリコンオイル★

20★で繰り返し精製した。この種の製造例による樹脂を用いたインクは絶縁性・インク吐出性に優れている。

【0041】樹脂の製造例-3

(特に帯電特性に配慮した例)

重合溶媒 (イソプロピルミリスレート)
 ビニルトルエン
 ビニルピロリドン
 アリルメタクリレート
 アゾビスイソブチロニトリル

200 g
 10 g
 10 g
 10 g
 3 g

からなる組成物を三ツ口フラスコにとり85℃で10時間反応させた。

☆もできる。この場合も電圧・印加下での比抵抗低下を防ぐため重合体顔料をアルコール等で入念に精製する。ビニルピロリドンを用いたこの種の製造例による樹脂を用いたインクは、その帯電特性を予め配慮したものである。

【0042】

【実施例】本発明を具体例によってさらに詳細に説明する。

【0043】

【0044】実施例1

カーボン (三菱#44) ; メタノールとトルエンで精製したもの

10重量部

フミン酸/ポリビニルピロリドン/メタクリル酸共重合体
 (50/45/5重量比)

20重量部

ラウリルアルコール

300重量部

このインク組成物をアトライターで4時間分散した。このものの比抵抗は $1.6 \times 10^{11} \Omega \text{cm}$ 、120℃における熔融粘度は70 p a · sであった。後述のインクジェットの吐出実験装置 (A方式、B方式、C方式) において各吐出部と電極又は印字基体 (1) 間10mmの距離よりインクを吐出させたところ、A方式では310ボルト、B方式では460ボルト、C方式では510ボルトの印加電圧でインクが吐出された。吐出前のインクの

30 固形分は9.1%、A方式で吐出されたインクは26.5%、B方式は30.3%、C方式は25.5%の高固形分であった。

【0045】一次定着性は11分28秒 (ペーパーに吐出されたインクが定着するまでの時間 (sec)) と、二次定着性は62% (クロックメーター方式により測定) と、 (但し、[消ゴム5往復消去後の濃度/初期印字濃度] $\times 100$ (%) による) 画像濃度は1.28

THIS PAGE BLANK (USPTO)

と、印字ドット直径はA方式：約76 μ mと、それぞれ測定された。

【0046】比較例1

比較のために、市販インク（EPSON社のINK CARTRIDGE HG ICI）を用い実施例1と同様にテストした。A方式、B方式、C方式とも5000ボルトでも全くインクが吐出しなかった。このインクのQ/Mは0で比抵抗は10⁸ Ω cm以下であった。

【0047】インクジェット吐出実験装置は図1に示したもの（A方式）、図2に示したもの（B方式）、図3に示したもの（C方式）、図4に示したもの（D方式）を用いた。即ち、A方式は注射器（2）にインクを入れ、（高圧電源）即ちH. V. P（ハイボルテージパワーソース）直流（DC）（6）より電圧を印加し電極又は印字基体（1）上に10mmの距離からインクが吐出する印加電圧を測定した。同様にB方式は針（3）の先端にインクを塗布したもの、C方式は平面銅電極板（4）の側面にインクを均一に塗布したものである。D方式はディスプレイ（5）（ここではNEC9801のディスプレイの静電気を利用している）上に印字基体（1）をセットし、注射器（2）又は針（3）の先端からインクが吐出される電圧を測定した。なお、本発明のインクは印加電圧の正負どちらでも吐出可能である特徴

ピグメントNo. 25（森村バーデッシュ社製）
ラウリルメタクリレート／グリシジルメタクリレート／
ビニルピリジン（80／15／5 モル比）共重合体
フミン酸塩
アイソパーH

10重量部

5重量部

5重量部

300重量部

このインク組成物をアトライターで3時間分散した。平均粒子径は約0.1 μ m、Q/Mは155 μ c/g、比抵抗は1.5 \times 10¹² Ω cmであり、120℃における溶融粘度は16.5p・sであった。A方式、B方式、C方式の吐出実験装置において、各吐出部と電極又は印字基体（1）間10mmの距離よりインクを吐出させたところ、A方式では260ボルト、B方式では240ボルト、C方式では460ボルトの印加電圧でインクが吐出された。吐出前のインクの固形分は6.2%、吐出したインクにおいてはA方式25.4%、B方式29.1%、C方式30.5%であった。いずれもインクの固形分が上昇した。

一次定着 48秒
二次定着 71%
画像濃度 1.40

フラッシュドピグメントNo. 5（森村バーデッシュ社製）

10重量部

シリコンオイル（KF96L-1.5）

300重量部

このインク組成物をペイントシェカーで6時間分散した。粒子径は約0.3 μ m、比電荷量（Q/M）は320 μ c/g、比抵抗は1.6 \times 10¹⁴ Ω m、120℃における溶融粘度は160p・sであった。インクジェットの吐出実験装置（A方式、B方式、C方式）において

がある。

【0048】（比抵抗（R）の測定法）真鍮製電極40mm \times 50mm、電極間距離10mm、容量20mlの電着セルに試料20mlを取り、これに印加電圧DC1000ボルト（E）にて50秒間印加する。50秒間印加した時の電流値（I）を測定し次式より求める。

$$R = \frac{E}{I}$$

（流径の測定）島津製作所社製のSACP-3粒度分布計にて測定する。

（溶融粘度）レオメトリックス社のダイナミックスペクトロメーターにより120℃において測定する。

（トナーの電顕写真）透過型電子顕微鏡（日立社製H-500H）で観察する。

（比電荷量（Q/M）の測定法）真鍮製電極40mm \times 50mm、電極間距離10mm、容量20mlの電着セルに試料20mlを取り、これに印加電圧DC1000ボルトにて50秒間印加する。Q/Mは電極板に電着したインク重量を秤量し、積算電荷量を測定し次式より求める。

Q/M=積算電荷量（ μ c）／電着物重量（g）

【0049】実施例2

*印字ドット径 A：約50 μ m

【0050】比較例2

市販インク（IBM INK Cartridge）を用いた以外は実施例2と同様にしてテストを行なったが、A方式、B方式、C方式とも印加電圧5000ボルトでもインクの吐出は認められなかった。比電荷量（Q/M）は0であり、比抵抗は10⁸ Ω m以下であった。また、前記の添加剤のラウリルメタクリレート／グリシジルメタクリレート／ビニルピリジン（80／15／15モル比）共重合体、フミン酸を除いたインクはA方式で620ボルト、B方式で1200ボルト、C方式で1000ボルトの電圧でインキが吐出できたが、実施例2よりはインクの吐出に高電圧を要した。比電荷量（Q/M）は65 μ c/gであった。

* 【0051】実施例3

各吐出部と電極又は印字基体（1）間10mmの距離よりインクを吐出させたところ、A方式では210ボルト、B方式では245ボルト、C方式では105ボルトの印加電圧でインクが吐出された。またD方式のディスプレイ（5）を用いた装置では注射器（2）からは10

THIS PAGE BLANK (USPTO)

15

0 mm、釘 (3) の先端からは 80 mm の距離からインクが吐出された。インクの固形分は 3.2%、A 方式から吐出されたインクは 29.4%、B は 32.6%、C は 28.2% であった。

一次定着性

30 秒

*

フラッシュドピグメント No. 1 (森村バーデッシュ社製)

(メタノールで精製)

製造例-2 の樹脂 (メタノール、トルエンで入念に精製)

シリコンオイル (KF 995)

16

*二次定着性

70%

画像濃度

1.40

印字ドット径

42 μm

【0052】実施例 4

このインク組成物をアトライターで 3 時間分散した。粒子径は約 0.1 μm 、比電荷量 (Q/M) は 660 $\mu\text{C/g}$ 、比抵抗 $3.8 \times 10^{13} \Omega\text{m}$ 、120℃における溶融粘度は 460 p·s であった。実施例 3 と同様に吐出実験を行ったところ、A 方式では 280 ボルト、B 方式では 300 ボルト、C 方式では 300 ボルトの印加電圧でインクが吐出された。また D 方式のディスプレイ

(5) を用いると注射器 (2) からは 130 mm、釘 (3) の先端からは 95 mm の距離よりインクが吐出された。

【0053】なお、図 5 に示される試験装置を用いた試験では 150 ボルトの印加電圧でインクを吐出できた。

また、吐出部口径 25 μm のこの装置を用い、初期溜出※

重合トナー (粒径 0.3 μ の球形)

シリコンオイル (KF 994)

このインク組成物をアトライターで 3 時間分散した。粒子径は約 0.3 μm 、比抵抗 $3.5 \times 10^{12} \Omega\text{m}$ 、120℃の溶融粘度は 6,300 p·s であった。インクは負極性であった。実施例 3 と同様に吐出テストを行ったところ、A 方式では 200 ボルト、B 方式では 210 ボルト、C 方式では 300 ボルトでインクが吐出された。また D 方式のディスプレイ (5) では注射器 (2) で 160 mm、釘 (3) からは 135 mm の距離よりインクが吐出された。

★

カーボンブラック (三菱化成社製) #44

エチレン/酢ビ共重合体 (85/15 重量比)

シリコンオイル (KF 96L-1.0)

20 重量部

300 重量部

★一次定着性

18 秒

二次定着性

76%

画像濃度

1.46

印字ドット径

30 μm

また熱ローラー定着も可能であった。負の印加電圧で同様に吐出させたところ、A 方式では (一) 210 ボルト、B 方式では (一) 120 ボルト、C 方式では (一) 180 ボルトでインクが吐出された。

【0055】実施例 6

このインク組成物を 50℃で 1 時間分散し、急冷した。粒子径は約 1.8 μm 、比電荷量 (Q/M) は 40 $\mu\text{C/g}$ 、比抵抗は $4.4 \times 10^{14} \Omega\text{m}$ 、溶融粘度 120℃で 800 p·s であった。また電顕写真による粒子の形状は、ファイバー状であった。実施例 3 と同様に吐出テストを行ったところ、A 方式では 260 ボルト、B 方式では 260 ボルト、C 方式では 360 ボルトであった。

一次定着性 5.8 秒

二次定着性 89%

画像濃度 1.51

印字ドット径 約 24 μm

荷電されたインク粒子がファイバー状のため、吐出印加電圧により、インクの強い凝集体をゆっくり吐出させるためと考えられる。そのため上記のような良好な結果が

得られるものと推定される。このインクをキャノン社製のバブルジェット方式のプリンターで印字させたところ高濃度で定着性の良好なプリントが得られた。

【0056】実施例 7

実施例 2 のインク処方においてラウリルメタクリレート/グリンジルメタクリレート/ビニルピリジン (80/15/15 モル比) 共重合体を 20 重量部、フミン酸を 15 重量部加えてアトライターで 3 時間分散した。平均粒径が 0.04 μm 、Q/M が 980 $\mu\text{C/g}$ 、120℃における溶融粘度が 2800 p·s であった。インクの吐出性は A 方式で 280 ボルト、B 方式で 300 ボルト、C 方式では 305 ボルトの印加電圧でインキは吐出された。一次定着性は 62 秒、二次定着性は 74%、画像濃度 1.36 印字ドット径は 48 μm と小さい

50

THIS PAGE BLANK (USPTO)

ドット径であった。

【0057】実施例 8

実施例 7 において共重合体を 1 重量部フミン酸を 0.1 重量部加えて同様にインクを作成した。インクの平均粒径は $0.9 \mu\text{m}$ 、 Q/M は $12 \mu\text{c/g}$ 、 120°C における熔融粘度 $10.8 \text{ pa} \cdot \text{sec}$ であった。インクの吐出性は A 方式で 460 ボルト、B 方式で 495 ボルト、C 方式で 600 ボルト、一次定着性 69 秒、二次定着性 60%、画像濃度 1.21、印字ドット性 $86 \mu\text{m}$ であった。

【0058】実施例 9

(荷電粒子の Q/M が大きく、インク組成物の電気抵抗が高いインク組成物の場合の例) 実施例 6 において、カーボンプラックをトルエンとエタノールで精製したものをを用いて同様にインクを作成した。平均粒子径は $2.5 \mu\text{m}$ 比抵抗は $1.5 \times 10^{16} \Omega \cdot \text{cm}$ 、 120°C における熔融粘度は $980 \text{ pa} \cdot \text{sec}$ 、 Q/M は $580 \mu\text{c/g}$ であった。A 方式では 245 ボルト、B 方式では 250 ボルト、C 方式では 340 ボルトであった。また

一次定着性 5.6 秒

二次定着性 89%

画像濃度

1.53

印字ドット径

約 $22 \mu\text{m}$ 、であった。小さいドット径で高画像濃度、高定着性のインクが得られた。

【0059】(荷電粒子の Q/M が小さく、インク組成物の電気抵抗が低いインク組成物の場合の例)

実施例 10

実施例 1 のインク処方に、ナフテン酸マンガン 0.02 gr を加え同様にインク組成物を得た。このものの比抵抗は $1.5 \times 10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$ 、 Q/M は $48 \mu\text{c/gr}$ 、平均粒子径は $0.8 \mu\text{m}$ 120°C における熔融粘度は $65 \text{ pa} \cdot \text{sec}$ であった。A 方式では 460 ボルト、B 方式で 500 ボルト、C 方式は 620 ボルトの印加電圧でインクが吐出された。吐出前のインクの固形分は、9.1%A 方式で吐出されたインクは 20.6%、B 方式は 24.1%、C 方式は 23.1% の固形分が得られた。一次定着性は 13 分 5 秒、二次定着性は 60%、画像濃度は 1.21、印字ドット径約 $83 \mu\text{m}$ が得られた。これらの結果を次の表 2 に纏めて示す。

【0060】

20 【表 2】

THIS PAGE BLANK (USPTO)

	比抵抗 ($\Omega \cdot \text{cm}$)	Q/M ($\mu\text{C/g}$)	平均 粒径 (μm)	溶解 粘度 ($\text{Pa} \cdot \text{sec}$)	インク吐出の 印加電圧 (V)			インク固形分 (%)				1次 定着性 (%)	2次 定着性 (%)	画像濃度 (A方式) (%)	印字ドットの直径 (μm)	備考
					A方式	B方式	C方式	吐出 前	吐出後							
									A方式	B方式	C方式					
実施例 1	1.6×10^{14}	300	0.31	70	310	460	510	9.1	26.5	30.3	25.5	68	62	1.28	76	
比較例 1	以下	0	—	—	5000Vでインク を吐出せず			不吐出のため測定不能							2	
実施例 2	1.5×10^{12}	165	0.1	16.6	260	240	460	6.2	24.5	29.1	30.5	48	71	1.40	50	
比較例 2	以下	65	—	—	5000Vでインク を吐出せず			不吐出のため測定不能							3	
実施例 3	1.6×10^{14}	140	0.3	160	210	245	105	3.2	29.4	32.6	28.2	30	70	1.40	42	
実施例 4	1.6×10^{12}	660	0.1	460	280	300	300	D方式；注射器（2）から130mm、 針（4）から95mmで吐出可				40	76	1.36	40	
実施例 5	1.5×10^{12}	180	0.3	300	200 -210	210 -120	300 -180	←実施例3と同様に吐出の場合 ←負の印加電圧の場合				18	76	1.46	30	4
実施例 6	1.6×10^{14}	40	1.8	800	260	260	360	インク粒子は、ファイバー状				5.8	89	1.51	24	
実施例 7	1.6×10^{12}	980	0.04	2800	280	300	305	10.0	18.0	22.5	23.8	62	74	1.36	48	
実施例 8	1.6×10^{14}	12	0.9	10.8	460	495	600	3.5	18.9	25.1	24.8	69	60	1.21	86	
実施例 9	1.5×10^{12}	580	2.6	980	245	250	340	9.0	29.8	38.2	36.5	5.6	89	1.58	22	
実施例 10	1.5×10^{10}	48	0.8	65	460	500	620	9.1	20.6	24.1	23.1	13.5	60	1.21	83	

備考 1：D方式の場合、実施例4のインクの方が低電圧で吐出できる
 2：INK CARTRIDGE HG IHI（エプソン社）
 3：IBM INK CARTRIDGE（IBM社）
 4：D方式の場合、注射器（2）から160mm、針（4）から135mmで吐出可

【0061】実施例11

アイソパーH100部と、フタロシアニンプルー15部と、メタクリル変性シリコン化合物（信越化学社製：X-22-5002）30部と、2，4-トリレンジイソシアネート5部と、BPO（ベンゾイルパーオキサイド）3部とアクリル酸2部とフラスコに仕込み、よく攪拌しながら90℃で12時間反応させてシアン色樹脂粒子を含むシアン色分散液（C）を製造した。

【0062】前記シアン色分散液C50gをアイソパーH1リットルに分散して電子写真液体現像剤とし、この現像剤とリコー製湿式複写機CT-5085とを使って実施例1の場合と同じ複写用紙に複写する実験を行い、画像濃度1.29、解像度6.3本/mm、階調性7.0段の高品質複写画像を得た。また、画像定着率は68%であり、この実験に使用したシアン色分散液Cを希釈して製造される液体現像剤は定着性、分散性とも良好なことが認められた。

【0063】実施例12

実施例11で使用したメタクリル変性シリコン化合物の

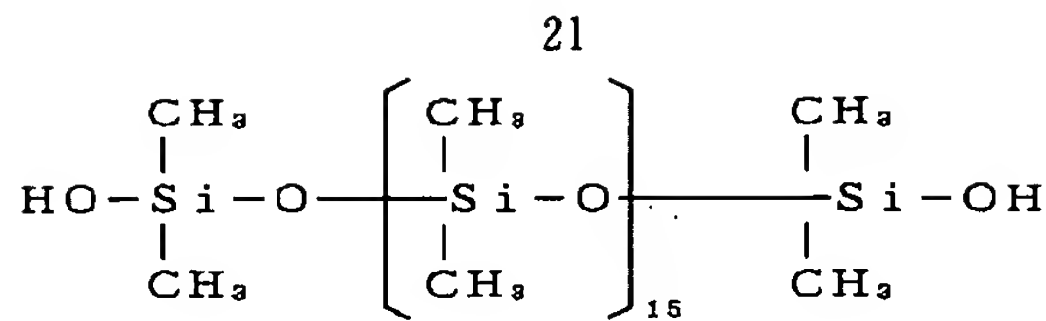
代わりに下記に示した反応性シリコン化合物No. 4を使用し、それ以外は実施例11と全く同様にしてシアン色分散液Dを作成した。この分散液を実施例11の場合と全く同様に希釈して液体現像剤とし、この現像剤を使って実施例11の場合と全く同じ評価実験を行ったところ、画像濃度1.44、解像度7.2本/mm、階調性7.0段の高品質複写画像が得られた。また、この実施例で作成したシアン色分散液Dは撥水撥油性の複写画像を与える着色剤であり、熱ローラによって定着することができる着色剤であった。そして、画像定着率は81%と極めて高かった。

【0064】本実施例で得られたシアン色分散液Dは、ピン電極を使用するスリットジェット方式、ピエゾジェット方式、バブルジェット方式等のインクジェット用インキとしても利点が多く、このインクジェット用インキは吐出性及び画像品質の両者とも良好であった。

【0065】

【化2】

THIS PAGE BLANK (USPTO)



【0066】実施例13

フラスコにアイソパーH（エクソン化学社製）300gをとり90℃に加熱した。この中にカヤセットイエローA-G50g、シリコンオリゴマーX-22-176B（信越化学社製）100gをとり90℃で3時間混合した。この混合液にメチルメタクリレート50g、グリシジルメタクリレート3g、イソホロンジイソシアネート30g、BPO（過酸化ベンゾイル）0.5gを加え、90℃で6時間分散し、電子写真液体現像剤を調整した。ここでは、水酸基をもつシリコンオリゴマーX-22-176Bがイソホロンジイソシアネートと反応しウレタン結合をつくるため、顔料を内包した重合体トナー粒子が作成できるものと考えられる。

【0067】この現像剤をリコー社製のリコピー400iで100℃の温風定着を行ったところ、定着率80%であり、OPH色再現性も良好であった。

定着率＝（クロックメーター10階後のID／ID）×100%

【0068】実施例14

ニーダー混練機にエチレン-無水マレイン酸共重合体500g、2,2,4-トリメチルプロパントリイソホロンジイソシアネート15g、カーミン6B200gをとり、100℃で1時間混練した。次にラウリルメタクリレート150g、グリシジルメタクリレート30g、BPO2gを混合し、90℃で6時間重合させた。次にドデシルアミン0.1gを加え、エステル化反応を80℃で20時間行った。更に、アイソパーH1200gを加えて電子写真液体現像剤を調整した。この現像剤はリコピー400iで80℃の温風で定着可能であった。定着率は88%、OHPの色再現性も良好であった。

【0069】リコピー400iで120℃の裏面定着方式でコピーしたところ、定着率は74%、OHPの色再現性は温風定着方式よりやや劣ったが、ほぼ良好であった。なお、この実施例14で得られた電子写真液体現像剤は、実施例13で得られた現像液と同様、インクジェット記録用インクとしても使用できる。

【0070】

【発明の効果】上記結果から明らかなように、本発明によれば、多くの優れた効果を奏するが、これは、既に記述したようにインクの荷電粒子が受ける影響及び飛翔モードが本発明においては或る意味で独特なためと考えられる。図6は、そのような本発明のインクと従来のインクジェット用インクとの概念上の飛翔差をモデル的に説明するためのものであり、ここで、6aは飛翔インクの固形分が増大した本発明のインクの飛翔態様をモデル的

に示し、6bは従来のインクジェット用インクの飛翔態様をモデル的に示す。但し、上記提案の飛翔モデルは、本発明の理解を助けるためのものであって、我々はこのモデルに頑固に拘泥するつもりはなく、また、本発明をこれにより制限するつもりもない。本発明の本質及び効果は、上記具体的な諸例とその結果によって当事者が充分理解される筈である。

【0071】また、本発明に係わる、電子写真液体現像剤、インクジェット用インキ、印刷インキ、塗料等に使用される着色剤の新規な製造方法によれば、画像濃度が高く、解像度、コントラスト及び階調性も優れた画像を提供することができる着色剤が得られ、また、この製造方法によれば画像形成後の定着性が高く撥水撥油性塗膜を持つ画像を形成する着色剤が得られるという効果を奏する。

【0072】斯くして本発明によれば、適度のインクの飛翔ドット径が得られ、良質画像が得られる。また、荷電粒子の沈降を生じることなく、インクのにじみ現象は見られず、画像のにじみが無い点での良質の画像が得られ、良質のインクが調整でき、比抵抗が上がりインクの吐出性が向上し、インクの分散性、極性制御、定着性、比抵抗の制御が向上する。更に、これらインクを用いる前記インクジェット方式により、インク粒子間の凝集力を変化でき、吐出性や定着性が向上する点でも、一層画像が向上する。

【図面の簡単な説明】

【図1】インクジェット吐出実験装置の概略を示した説明図である。

【図2】インクジェット吐出実験装置の概略を示した説明図である。

【図3】インクジェット吐出実験装置の概略を示した説明図である。

【図4】インクジェット吐出実験装置の概略を示した説明図である。

【図5】実施例4のインク組成物の試験に用いた装置の概略を示す説明図である。

【図6】本発明と従来技術とのインク飛翔における差異を概念的に示した説明図である。

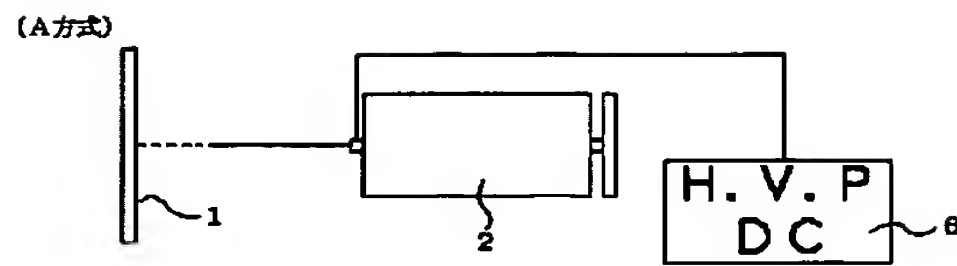
【符号の説明】

- 1 電極又は印字基体
- 2 注射器
- 3 釘
- 4 銅電極板
- 5 ディスプレイ
- 6 高圧直流電源
- 7 電導体
- 8 インク供給管
- 9 吐出点
- 10 インク供給系
- 11 回収インク流れ方向

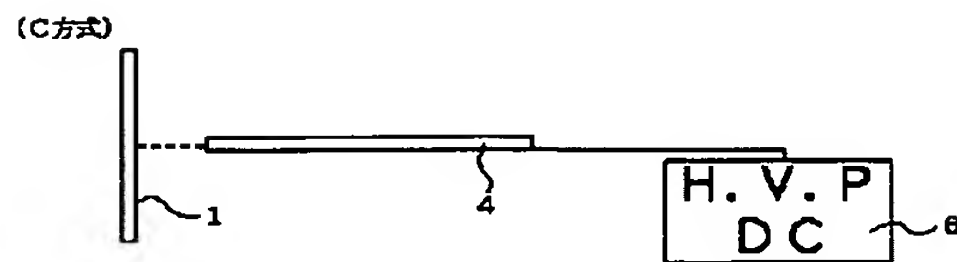
THIS PAGE BLANK (USPTO)

- 1 2 インク回収路
1 3 外への抽出系

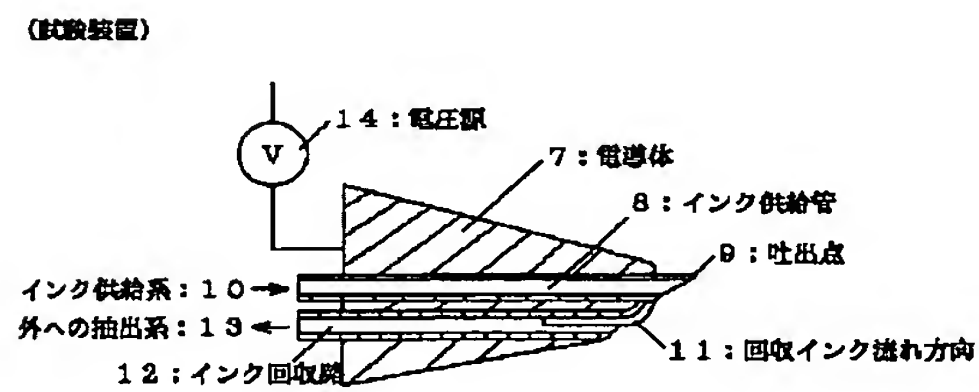
【図 1】



【図 3】

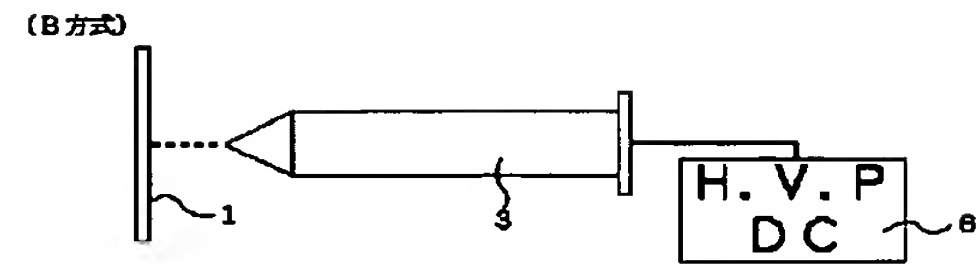


【図 5】

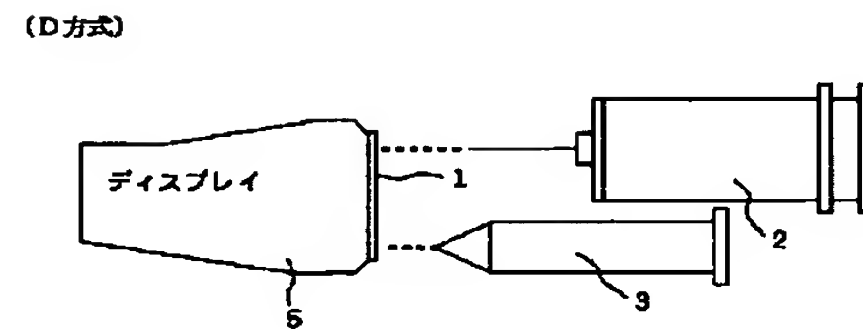


- 1 4 電圧源

【図 2】

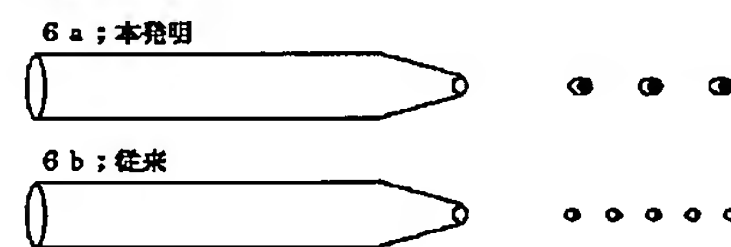


【図 4】



【図 6】

(インク飛翔の概念モデル)



フロントページの続き

- (31) 優先権主張番号 特願平6-289055
(32) 優先日 平 6 (1994) 10月28日
(33) 優先権主張国 日本 (JP)
(31) 優先権主張番号 特願平6-333881
(32) 優先日 平 6 (1994) 12月16日
(33) 優先権主張国 日本 (JP)
(72) 発明者 後藤 明彦
東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号 株式
会社リコー内

- (72) 発明者 梅村 和彦
東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号 株式
会社リコー内
(72) 発明者 水野 和代
東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号 株式
会社リコー内
(72) 発明者 大河原 信
東京都目黒区大岡山 2 - 8 - 1 - 211

THIS PAGE BLANK (USPTO)